(54) DENTIFRICE

(11) 60-75411 (A)

(43) 27.4.1985 (19) JP

(21) Appl. No. 58-184117

(22) 1.10.1983

(71) RAION K.K. (72) ISAO MINEMOTO(2)

(51) Int. Cl⁴. A61K7/16//B65D35/28,B65D47/34

PURPOSE: To provide a dentifrice free from the honeycomb surface roughening, consistency change, etc., by filling a dentifrice composition compounded with a water-soluble inorganic salt and having extremely low dissipation of moisture, in a plastic container having high moisture permeability.

CONSTITUTION: A dentifrice composition compounded with preferably 1~20wt% (based on the whole composition) of a water-soluble inorganic salt such as barium acetate, barium chloride, barium hydroxide, calcium acetate, etc. is filled in a plastic container wherein at least the body part is formed to have a moisture permeability of ≥5g/m²·day·50µ, and further preferably an oxygen permeability of ≥50cc/100inch²·mil·day-atm(25°C), to obtain the objective dentifrice. Preferably, the body part of the container is made of a polyolefin, and the top part is made of a polyester or polyamide.

(54) DENTIFRICE COMPOSITION

(11) 60-75412 (A)

(43) 27.4.1985 (19) JP

(21) Appl. No. 58-184118

(22) 1.10.1983

(71) RAION K.K. (72) NAOJI FUKUCHI(3)

(51) Int. Cl⁴. A61K7/16

PURPOSE: To provide a dentifrice composition having high shape-retainability even at a low viscosity, and improved stringiness, and extrudable easily from a pump-type container, by compounding a dentifrice with pyrogenetic ultrafine amorphous silica used as a binder.

CONSTITUTION: Pyrogenetic ultrafine silica powder (having an average diameter of the primary particle of preferably $5 \sim 50 \text{m}\mu$, especially $5 \sim 20 \text{m}\mu$) is used as a binder, and is added to a dentifrice in an amount of preferably $\geq 1\%$, especially $2 \sim 5\%$ to obtain the objective dentifrice composition having a viscosity of ≤ 600 poise (preferably $200 \sim 500$ poise). The composition is suitable to be used by filling in a vertical pump-type container.

(54) DENTIFRICE COMPOSITION

(11) 60-75413 (A)

(43) 27.4.1985 (19) JP

(21) Appl. No. 58-184119 (22) 1.10.1983

(71) RAION K.K. (72) MAKOTO YOSHIE(3)

(51) Int. Cl4. A61K7/16

PURPOSE: To provide a dentifrice composition having high shape-retainability even at a viscosity lower than a specific level and improved stringiness, extrudable easily with a pump-type container, and suitable for the use in a vertical pump-type container, by compounding a dentifrice with specific amounts of montmorillonite and abrasive.

CONSTITUTION: The objective dentifrice composition contains (A) $0.5 \sim 5 \text{wt}\%$, preferably $1 \sim 30 \text{wt}\%$ (based on the whole composition) of a binder comprising a montmorillonite such as "VEEGUM HV®" (product of Vander Bild Inc.), etc., (B) $10 \sim 35 \text{wt}\%$, preferably $15 \sim 25 \text{wt}\%$ (based on the whole composition) of an abrasive such as a silica-based abrasive, e.g. precipitated silica having a primary particle diameter of $\leq 500 \mu \text{m}$ and the secondary particle diameter of $1 \sim 30 \mu$, and if necessary, (C) a surface active agent, a sweetener, a perfume, a preservative, etc. The viscosity of the composition is adjusted to $\leq 600 \text{poise}$, preferably $200 \sim 500 \text{poise}$ (measured by the BH-type viscometer at $25 \, \text{C}$).

⑲ 日本 国特 許 庁 (JP)

⑩特許出願公開

◎ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭60 - 75413

@Int.Cl.4

識別記号

庁内整理番号

磁公開 昭和60年(1985)4月27日

A 61 K 7/16

6675-4C

審査請求 有 発明の数 1 (全7頁)

母発明の名称 歯磨組成物

②特 顧 昭58-184119

❷出 願 昭58(1983)10月1日

砂発 明 者 吉 江

成 横浜市港北区箕輪町320

⑩発 明 者 市 川

博 通

松戸市日暮834-7

砂発 明 者 简 井

館彦直二

船橋市行田町15-2 市川市大洲1-14

砂発 明 者 福 地

東京都墨田区本所1丁目3番7号

⑪出 願 人 ライオン株式会社 ⑫代 理 人 弁理士 小島 隆司

明 細 書

1. 発明の名称

齿磨組成物

- 2. 特許.請求の範囲
 - 1 粘度を600ポイズ以下に形成すると共に、 モンモリロナイトを全体の0.5~5重量多及 び研磨剤を全体の10~35重量多配合して なることを特徴とする機磨組成物。
 - 2 粘度が200~500ポイメである特許請求の範囲第1項記載の歯磨組成物。
 - 3 研磨剤がシリカ系研磨剤である特許請求の 範囲第1項又は第2項記載の歯磨組成物。
 - 4 竪型ポンプ式容器に収容した特許請求の範囲第1項乃至第3項いずれか記載の歯磨組成・物。
- 3. 発明の詳細な説明

本発明は竪型 ポンプ式容器に収容されて使用するのに渡した歯磨組成物に関し、更に静述するとモンモリロナイト及び研磨剤を特定量配合するととにより、粘度を 6 0 0 ポイズ以下の低粘度に形

成しても保型性が良く、しかも曳糸性が改善され、 ポンプ式容器からの押し出し易さの良好な歯磨組 成物に関する。

従来より、練歯磨は一般にテユーフに収容して 使用されており、チューブからの押し出し易さ、 更には歯ブラシへの乗せ易さ、保型性、曳糸性等 の点からその粘度を通常600~900ポイズに 形成していた。

しかしながら、最近において、プッシュポタン 等の押圧操作部を押すだけで練放路を取り出すことができるようにした各種の竪型ポンプ式容器が 提案されており(例えば、実開昭 5 4 - 3 4 6 41、 実開昭 5 5 - 3 8 7 8 3 6 7 8 3 6 7 7 6 8 3 6 7 7 6 8 3 6 7 7 8 8 8 9 1 0 0 ポンプ式容器に練始 野を収容して使用することが望まれているが、従来の練放路処方では粘度が高すぎ、ポンプ式容器 に収容、使用するには適していない。

即ち、本発明者もの検討によれば、整型ポンプ 式容器用の練歯磨としては、容器の構造上、押し 出し性を良好にするためにその粘度が 6 0 0 ポイ ズ以下、特に200~500ポイズであるととが 好ましく、しかもことのように低粘度であるにもか かのです。 歯アラシに保せたときに、型がれた保型性を有しているととが要求はあるが なく、型が低れていることが要求はあるのであるが、 従来の高粘度の練協路処方は高粘度で あるために使用し得ないものであり、また単に粘 度く、歯プラシに乗せたときに容易に流れてしまり ものであり、かつ曳糸性の悪いものであった。

このため、本発明者らは竪型ポンプ式容器に収容し、使用するのに適した歯磨組成物につき鋭器研究を行なつた結果、歯磨組成物をポンプ式容器から押し出し易い600ポイズ以下、より好ましくは200~500ポイズの粘度に形成すると共に、モンモリロナイト及び研磨剤を特定量配合することにより、上配目的が効果的に達成されることを知見した。

即ち、本発明者らは、カルポキシメチルセルロースナトリウムやカラゲナン等を用いて歯磨組成

3

使れ、かつ曳糸性が改善され、ポンプ式容器に収容されて好適に用いられる歯磨が得られるという ことは本発明者らの新知見である。

以下、本発明につき詳しく説明する。

本発明の厳密組成物は、研解剤、粘稠剤、粘結剤、更に必要により界面活性剤、甘味剤、香料、防腐剤、各種有効成分、その他の成分を使用し、粘度 6 0 0 ポイズ以下、より好ましくは 2 0 0 ~ 5 0 0 ポイズ(をお、粘度は B H 型粘度計を使用し、2 5 ℃で制定したときの値を示す)に関製したものであるが、この場合本発明においては結結剤としてモンモリロナイトを 0.5 ~ 5 多使用すると共に、研磨剤を 1 0 ~ 3 5 多配合したものである。

ことで、モンモリロナイト(ケイ酸アルミニウム)としては、何えばパンダービルド社製のVEEGUM®、国峰鉱化社製のクニピア®、富士化学工業社製のノイシリンUFL-2 ®等が好適に用いられる。

なお、モンモリロナイトの配合量は上述したよ

なお従来、モンモリロナイトを歯磨組成物に配合することは知られている(特公昭 5 4 - 3 1 0 4 8 号)が、これは通常の粘度の高い歯磨に水溶性フッ素化合物と組合せて配合するもので、低粘度の歯磨に特定量の研磨剤と組合せて配合すること、これにより低粘度であるにもかかわらず保型性が

4

りに組成物全体の 0.5 ~ 5 ダであるが、好ましくは 1 ~ 3 0 ダである。モンモリロナイトの配合量が 0.5 ダより少ないと増粘効果及び保型性が充分に発揮されず、また 5 ダより多いと粉つぼさが生じ、使用感が低下する。

特開昭60-75413(3)

との場合、後述する粘稠剤を高速度、特に組成物を体の10%以上、超せしくは30~75%を配合して流動性の良好な協問組成物を得ることができるが、このような流動性の良好な粘稠剤を配合歯磨組成物を調製するに際しては、モンモリロナイトと共にカルボキンメテルセルロースアルカリ金属を重せていることが好ましく、これに粘稠剤高配合量の患組成物の曳条性及び液分離をより改善するととができる。

本発明の歯磨組成物には、上述したように研磨剤を配合するものであるが、 との場合、 研解剤としては第2リン酸カルシウム・2水和物及び無水物、 第1リン酸カルシウム、 第3リン酸カルシウム、 炭酸カルシウム、 ピロリン酸カルシウム、 酸化チタン、 アルミナ、 水和アルミナ、 沈降性シリカや無水アルカリ金属ケイ酸塩 また、 沈降性シリカ系研磨剤、 ケイ酸アルミニウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、不溶性メタリン酸

7

~10%、好ましくは0~6%、付着水分含量(乾燥減量)1~10%のもので、平均粒径0.5~30μ、より好ましくは1~15μ、18当りの比表面積(BET法)500㎡以下、より好ましくは300㎡以下、屈折率1.44~1.47、吸液量0.6~1.3 cc/8の性状のものが好ましく用いられる。具体的には、米国Huber社のZeo 4%、Zeodent 11%、米国W.R. Grace社のSyloid AL-1、63、74、404、英国J. Crossfield & Sons 社のNeosyl. ET、ドイツDegussa社のSident 3、20等が挙げられる。本発明ではこれらシリカ系研磨剤が有効成分等の安定性の点から有効に使用される。

なお、研磨剤の配合量は上述したように組成物 金体の10~35%、より好ましくは15~25 がである。研磨剤配合量が10%より少ないと成 型性が低く、研磨性が劣り、また研磨剤配合量が 35%より多いと粘度が高くなりすぎて、押し出 し性が悪くなり、いずれも本発明の目的を連成し 得ない。 カリウム、第3リン酸マグネシウム、炭酸マグネシウム、ペントナイト、ケイ酸ジルコニウム、合成樹脂等が挙げられ、とれらの1種又は2種以上を配合し得る。

なお、シリカ系研磨剤としては、例えば特開昭49-91994号公報、特開昭49-84712 号公報、特開昭50-64198号公報、特開昭 60-65497号公報、特開昭51-928695 号公報、特開昭51-136841号公報、および特公昭54-4919号公報等に記録されたものが用いられる。

更に具体的に例示すると、Zeodent®、Zeo®、Sident®の商標で販売されている一次粒子が500mu以下で二次粒子が1~30点である沈降性シリカヤシリカキセロケル、シリカエーロゲル等が使用し得る。この場合、沈降性シリカが特に好適に用いられ、SiOz 含量70%以上、好ましくは90%以上、アルカリ・アルカリ土類金属酸化物含量0~5%、SiOz に対するアルミニウム、マグネシウム、カルシウム等の金属の酸化物の結合量0

8

とこで本発明のその他の成分を例示すると、粘 稠剤としては、ソルピット、グリセリン、エテレ ングリコール、プロピレングリコール、1.3 - ア チレングリコール、ポリエテレングリコール、ポ リプロピレングリコール、 キシリット、マルチッ ト、ラクテット等が繋げられ、これらの1 種又は 2 種以上を配合し得る(配合量通常10~75%)。

アシルアミドなどのアニオン活性剤、ショ糖モノ 及びソラウレート等の脂肪酸基の炭素数が12~ 18であるショ糖脂肪酸エステル、ラクトース脂 防酸エステル、ラクチトール脂肪酸エステル、マ ルチトール脂肪酸エステル、ステアリン酸モノグ リセライド、オリオキシエテレンソルピタンモノ タウレート、 ポリオキシエチレンソルピタンモノ ステアレート、ポリオキシエチレン(10,20, 40,60,80,100モル)硬化ヒマシ油、 エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドの重 合物及びポリオキシエチレンポリオキシプロピレ ンモノラウリルエステル勢のポリエチレンオキサ イドと脂肪酸、脂肪アルコール、多価アルコール 及びポリプロピレンオキサイドとの縮合生成物な どのノニオン活性剤、ペタイン型、アミノ酸型な どの両性活性剤が挙げられ、とれらの1 福または 2種以上の界面活性剂(配合量通常0~7%、好 ましくは 0.5~5 %)を配合し得る低か、サッカ リンナトリウム、ステピオサイド、ネオヘスペリ **ジルジヒドロガルコン、グリチルリチン、ペリラ**

11

リウム、モノフルオロリン酸カリウムなどのアルカリ金属モノフルオロホスフェート、フッ化サキのフッ化が、クロルヘキンジン塩類、 ジャドロロンステロール、グリチルレチン塩類、グリチルレチン酸、グリセロホスフェート、クロフィル、カロペプタイド、水溶性無機リン酸化合物、ビタラン類、 歯石防止剤、 前頭阻止剤等の有効成分を 1 種又は 2 種以上配合し得る。

本発明に係る歯磨組成物は、モンモリロナイトとの5~5 %、研磨剤を10~85 %使用すると共に、上述でな成分を使用し、粘度600 がよれば、上述では関製するものであるが、押し出しらで、良好な保型性を有し、曳糸性が改善されたものです。とにより、内容物が押圧されて内容を協に収容されて使用することができるものである。

なお、このようなオンプ式容器としては、実開

また、本発明の歯磨組成物には、アラントイン類、イブシロンアミノカプロン酸、トラネギサム酸、デキストラナーせ、アミラーせ、プロテアーせ、ムタナーせ、リゾチーム、溶路酵素、リテックエンザイム等の酵素、モノフルオロリン酸ナト

12

昭 5 4 - 3 4 6 4 1、 実開昭 5 5 - 3 8 7 8 3、 実開昭 5 6 - 4 6 5 7 2、 実開昭 5 6 - 10 0 3 7 8、 実開昭 5 6 - 1 2 1 6 7 7、 実開昭 5 7 - 4 4 0 4 1、 実開昭 5 7 - 7 4 1 6 8、 実開昭 5 7 - 1 6 4 0 7 9、 特開昭 5 7 - 6 8 3 6 8 号公報などに記載のもの等が挙げられ、 本発明的 野組成物 はこれら容器に充填されて好適に用いることができる。

次に突験例を示し、本発明の効果を具体的に説明する。

[夹験例]

第1 表に示す私 1 ~ 系 9 の処方の線歯磨組成物 を調製した。

水化、これらの線歯磨の粘度をBH型粘度計を用いて測定(25℃)すると共化、これら線歯磨を実開昭54−34641号公報記載の容器に充填し、この容器から押し出したときの保型性、曳 条性、押し出し易さを評価した。結果を第2段に示す。

-		無	1	联					
	₩ 1	AK 2	Æ 3	A. 4	A6 5	A6 6	A 7	8 8	<i>A</i> 9
代解析ショウ	\$ \$ 2	27 %	2 9 %	26%	23%	23.46	5 8 8	9 8.	378
ありエチンングリローグ	4	4	4	4	-	-	→	₹	4
9 4 4 9 V	23	2	89 . 10	2 5	S 23	23	2 2	2 2	2 5
4 n	2 2	2 2	2 2	2 2	2 2	2 2	2 2	2 2	2 2
カケまキシメチャ カテローメナーリサイ		7	-	9.0	9.0	1	1	· =	9.0
ンチーキのや	ı	i	ŧ	1	F	9.0	ı	i	ì
アプチン酸ナトリウム	1	ı	I	I	ı	Ĺ	9.0	ı	ſ
キンキリロナイト (VEEGIIM HV®)	1	ı	ŧ		8	84	2	m	_
	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
ナクロ 1 ナイロ カイキ	0.1	0 1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
****	0.1	n 1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
存	-	-		-		-	-	-	-
数末	9 83	叙	8 %	展	₩	8 %	R	贯	賦
毒	1 0 0.0 %	100.0%	00.0 \$ 100.0 \$ 100.0 \$100.0 \$100.0 \$ 100.0 \$100.0 \$100.0 \$	100.0%	1000%	1 0 0.0 %	100.0%	1 0 0.0 %	100.0%

r.

第 2 段

	AS 1	M6 2	<i>1</i> 6 3	16.4	<i>1</i> 65	<i>1</i> 6 6	16.7	168	₩9
粘度	350	650	900	530	460	480	430	450	550
(ポイズ, 25 C) 保 型 性	×	Δ	0	0	0	0	0	Δ	0
曳糸性	×	Δ	0	0	0	Δ	Δ	Δ	0
押し出し易さ	0	Δ	×	0	0	0	0	0	Δ

但し、評価基準は下記の通りである。

舒価基準

保型性

〇:歯プラシに良好に乗り、觀がくずれない。

Δ:少し型がくずれる。

×:歯プラシより流れ易い。

曳糸性

〇:樹プラシに乗せた場合、糸ひきがなく、

練切れがよい。

△:歯プラシに乗せた場合、糸ひきが5cm未

。新

×:歯プラシに乗せた場合、糸ひきが5cm以

. . 上。

押し出し品さ

16

サツカリンナトリウム	0.1
香料	1.
精製水	残
at	1 0 0.0 %
粘 废	480212
[実 館 例 2]	
水酸化アルミニウム	32 %
プロピレンタリコール	2
グリセリン	2 0
ソルビット	1 5
カルポキシメチルセルロースナトリウム	1
ヲウリル硫酸ナトリウム	1.5
メチルパラベン	0.1
モンモリロナイト (VEEGUM®)	· 2
サンカリンナトリウム	0.1
香 料	1
精製水	換
Bi	1 0 0.0 \$
粘 废	5 2 0ポイズ

〇:抵抗なく容器から練歯磨が出る。

「△:容器から押し出す際やや抵抗を感じる。

×:容器から押し出す際かなり抵抗を感じ、

押し出し雖い。

第2 表の結果より、モンモリロナイト及び研察 剤を本発明規定量範囲で配合し、粘度を 6 0 0 パイズ以下に調製した歯磨組成物は、低粘度にもかかわらず保型性が良好である上、曳糸性が良好であり、かつ容器から押し出し易いものであることが知見される。

以下、実施例を示す。

〔寒笳例1〕

	第	2	ŋ	ン	霞	カ	r	シ	ゥ	٨	•	2	水	和	物	3)	96
	プ	0	٦	V	ン	ŋ	IJ	7	_	N							2	:	
	9	ŋ	+	ij	ン												2	0	
	ソ	æ	۴	"	۲											1	0)	
	力	N	nt*	*	*	×	Ŧ	×	セ	x	D	_	×	ታト	リウ	~	1		
	9	ゥ	ŋ	'n	₩	酸	ታ	ŀ	IJ	ゥ	A						1	. •	5
1	×	F	N	,,8	9	~	ン										0	٠.	1
	Æ	ン	æ	ŋ	Þ	ナ	1	۲	(1	Æ	χςι	IM	H	7 ®)		2	:	
	Æ	ン	Æ	り	D	ナ	1	ŀ	(1	E	χςι	M	H/	7®)		2	:	

17

(與施例3)

•			
沈降性 シリカ	2	6	95
ポリエチレングリコール		4	
タリセリン	2	3	
ソルピツト	2	0	
カルポキシメチルセルロースナトリウム		1	
ヲカリル硫酸ナトリウム	•	1.5	
ラウリン酸 ピエタノー ルアミド		0.5	
二酸化チタン		0.1	
メチルペラペン		0 . 1	
モンモリロナイト (VEEGUM®)		5	
サッカリンナトリウム		0 . 1	
香 料		1	
精製水		残	
Bt	1 0	0.0	5
粘度	4 5	0 ಸೇ	1 🖈
(実施例4)			
北降性シリカ	2	6	K
ポリエチレングリコール		4	
グリセリン	2	0	

特閉町60-75413(7)

ソルピット	1 5	メチルパラペン	0.1
カルポキシメチルセルロースナトリウ	A 1	モンモリロナイト (VEEGUM HV®)	1
ラウリル硫酸ナトリウム	1.5	サッカリンナトリウム	0.1
ラウリン酸 ジェタノールアミ	F 0.5	香 料	1
メチルイタベン	0.1	精製水	強
モンモリロナイト (VEEGUM	®) 1	. Bi	1 0 0.0 %
サツカリンナトリウム	0.1	粘 废	420 ポイス
香 料	1	〔実施例6〕	
精製水	残	沈降性シリカ	25 %
Rt	1 0 0.0 %	ポリエチレングリコール	4
粘 度	890#1*	タリセリン	2 3
〔寒施例 5 〕		ソルピツト	2 0
沈降性 シリカ	2 4 \$	カルポキシメチルセルロースナトリウム	1
プロピレングリコール	3	ヲウリル強酸ナトリウム	1.5
グリセリン	1 5	· ラ ウ リ ン 酸 ジ エ タノール丁 ミ ド	0.5
ソルセット	3 0	メチルパラペン	0 · 1
カルポキシメチルセルロースナトリウ。	A 1	モンモリロナイト (VEEGUM HV®)	3
ラクリル硫酸ナトリウム	1 · 5	サッカリンナトリウム	0 - 1.
ラウリン酸シエタノールアミ	٥.5	香 料	1
二酸化チタン	0.1	精製水	裂

20

21

st	1 0 0.0 \$	•
精製水	授	
香 料	1	•
サンカリンナトリウム	0.1	•
モンモリロナイト (VEEGUM HV®) 2	
メチルペラベン	0.2	
二酸化チタン	0.1	
ラウリル砒酸ナトリウム	1 . 5	
カルボキシメチルセルロースナトリウム	1	
ソルピット	1 0	
クリセリン	2 0	
プロピレンクリコール	2	代理人 弁
炭酸カルシウム	30 %	山嶼八
(奥施例7)	•	出願人 ラ
粘 废	5 3 0 of 1 x	
81	1 0 0.0 \$	スムーメに押し出す

実施例1~7の練歯磨は、いずれも保型性、曳糸 性、押し出し易さの良好なものであり、実開昭 5 4 - 3 4 6 4 1 号公報記載の容器に収容した場合にも ことができた。

イオン株式会社

里士 小 島 隆 町

22